

Air dan air limbah – Bagian 70: Cara uji sulfida dengan biru metilen secara spektrofotometri



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Istilah dan definisi..... 1

3 Cara uji..... 1

4 Pengendalian mutu..... 6

5 Rekomendasi..... 6

Lampiran A (normatif) Pelaporan..... 7

Lampiran B (informatif) Cara perhitungan H₂S dari total sulfida 8

Lampiran C (informatif) Rentang kerja (*working range*)..... 11

Bibliografi 15



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Air dan air limbah – Bagian 70: Cara uji sulfida dengan biru metilen secara spektrofotometri* ini merupakan revisi SNI 19-1664-1989, *Cara uji kadar sulfida dalam air dan air buangan*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 21st Edition, editor L.S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC, 2005, Method 4500-S²-D. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

SNI ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 30 Oktober 2008 di Serpong dan telah melalui jajak pendapat pada tanggal 18 Maret 2009 sampai dengan 18 Juni 2009, dengan hasil akhir RASNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.76:2009 ini maka penerapan SNI 19-1664-1989 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pengguna SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.



Air dan air limbah – Bagian 70: Cara uji sulfida dengan biru metilen secara spektrofotometri

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan total sulfida (S^{2-}) dalam air dan air limbah dengan biru metilen secara Spektrofotometri pada kisaran kadar 0,02 mg/L sampai dengan 1,0 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1

air bebas sulfida

air suling yang tidak mengandung sulfida

2.2

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi yang merupakan garis lurus

2.3

larutan induk sulfida

larutan yang mempunyai kadar sulfida 1000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.4

larutan baku sulfida

larutan induk sulfida yang diencerkan dengan air bebas sulfida sampai kadar tertentu

2.5

larutan kerja sulfida

larutan baku sulfida yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.6

larutan blanko

air bebas sulfida yang perlakuannya sama dengan contoh uji

2.7

total sulfida

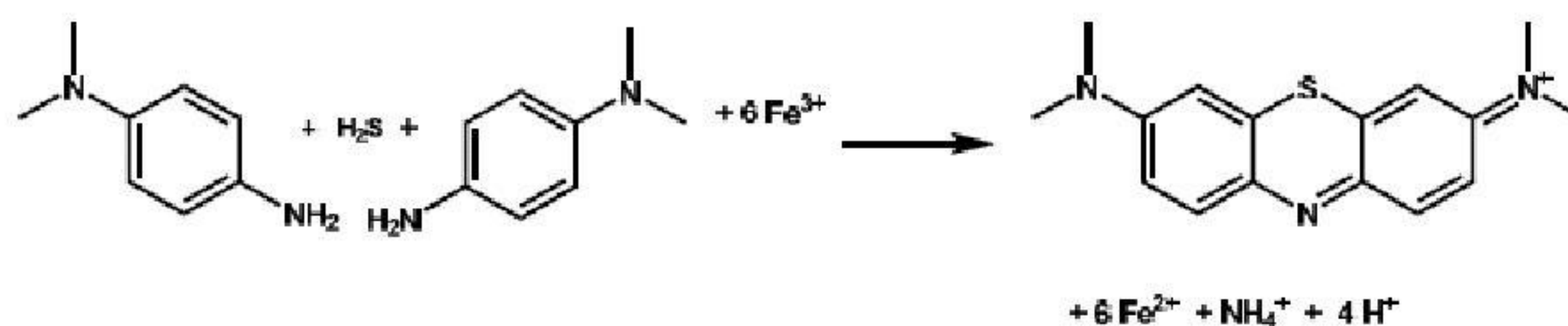
senyawa sulfida yang termasuk H_2S terlarut, HS^- terlarut dan sulfida terikat logam yang teratsiri asam pada padatan tersuspensi

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Sulfida bereaksi dengan ferri klorida dan dimetil-p-fenilendiamina membentuk senyawa berwarna biru metilen, kemudian diukur pada panjang gelombang 664 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis .

Reaksi Pembentukan Warna:



3.2 Bahan

- a) air bebas sulfida;
 b) larutan induk asam sulfat-amina;
 Campurkan 50 mL H_2SO_4 pekat dan 20 mL air bebas sulfida (dilakukan dalam penangas es). Tambahkan 27 g N,N dimetil-p-fenilendiamin oksalat ($[(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{NH}_2]_2 \cdot \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, CAS No. 62778-12-5, Mr = 362,43) ke dalam larutan campuran tersebut. Dinginkan dan encerkan dengan air bebas sulfida hingga 100 mL. Simpan dalam botol gelas gelap.

CATATAN 1 Apabila N,N dimetil-p-fenilendiamin oksalat tidak diperoleh dipasaran, dapat diganti dengan N,N dimetil-p-fenilendiamin dihidroklorida ($(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$, CAS No. 536-46-9, Mr = 209,12) seberat 31,16 g.

CATATAN 2 Gunakan pereaksi yang baru karena pereaksi yang lama akan menyebabkan oksidasi dan kesalahan warna untuk menetapkan hasil dalam pengujian.

CATATAN 3 Pada saat larutan induk dilarutkan dan digunakan dalam pengujian dengan contoh uji yang bebas sulfida, pertama-tama akan menunjukkan warna merah jambu tetapi kemudian akan berubah menjadi tidak berwarna dalam waktu 3 menit.

- c) pereaksi asam sulfat-amina;
 Larutkan 25 mL larutan induk asam amina sulfat dengan 975 mL H_2SO_4 (1+1). Simpan dalam botol gelas gelap.
 d) larutan ferri Klorida;
 Larutkan 100 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 40 mL air bebas sulfida.

CATATAN Campuran pereaksi asam sulfat amina dan larutan feri klorida dapat menggunakan larutan campuran siap pakai.

- e) larutan asam sulfat (H_2SO_4) (1+1);
 f) larutan diammonium hidrogen fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$);
 Larutkan 400 g $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dalam 800 mL air bebas sulfida.

CATATAN Larutan diammonium hidrogen fosfat $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ dapat menggunakan larutan siap pakai.

- g) larutan asam klorida (HCl) 6N;
 h) larutan baku iodine 0,0250 N;
 Larutkan 20 g sampai 25 g kalium iodida (KI) dalam sedikit air dan tambahkan 3,2 g iodine (I_2). Sesudah iodine larut, encerkan dengan air bebas sulfida sampai 1000 mL dan standarisasi dengan 0,0250 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
 i) larutan natrium tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,0250 N;
 Larutkan 6,205 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dengan air bebas sulfida dalam labu ukur 1000,0 mL. Tambahkan 1,5 mL NaOH 6N atau 0,4 g NaOH padatan dan tepatkan sampai tanda tera. Larutan ini distandarisasi dengan salah satu bahan baku berikut: kalium biodat, kalium iodat, atau kalium dikromat;
 j) Larutan baku kalium bi-iodat ($\text{KH}(\text{IO}_3)_2$) 0,025 N

Larutkan 812,4 mg $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ dalam air bebas sulfida dan encerkan sampai volume 1000 mL

- k) larutan kanji;
Larutkan 2 g kanji dan 0,2 g asam salisilat dalam 100 mL air bebas sulfida panas.
- m) asam salisilat ($1,2\text{-HOC}_6\text{H}_4\text{CO}_2\text{H}$);
- n) seng asetat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$) 2N; dan
- o) natrium hidroksida (NaOH);
- p) natrium sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$).

3.3 Peralatan

- a) pipet tetes;
- b) spektrofotometer UV-Vis;
- c) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL dan 10,0 mL;
- d) labu ukur 50,0 mL; 100,0 mL; 500,0 mL dan 1000,0 mL;
- e) *Erlenmeyer* 300 mL;
- f) gelas piala 300 mL;
- g) buret; dan
- h) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan. Sebelum diawetkan, ukur dan catat volume contoh uji (V_1). Pengawetan dilakukan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol plastik (<i>polyethylene</i>) atau botol gelas.
Pengawet	:	Tambahkan 4 tetes 2N seng asetat/100 mL dan NaOH sampai pH lebih besar dari 9.
Lama Penyimpanan	:	2 minggu.
Kondisi Penyimpanan	:	$4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

CATATAN Contoh uji diambil dengan sedikit mungkin aerasi.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji

Lakukan pengujian sesegera mungkin sesuai langkah 3.6.2. Apabila contoh uji dilakukan pengawetan sesuai langkah 3.4, lakukan langkah sebagai berikut:

- a) pisahkan endapan dengan membuang supernatan secara dekantasi;
- b) tambahkan air bebas sulfida ke dalam endapan sampai volume tertentu, kocok untuk mensuspensikan endapan;

CATATAN Jika kadar sulfida diketahui rendah tambahkan air secukupnya, seperlima hingga setengah dari volume asal.

- c) ukur volume akhir secara kuantitatif (V_2);
- d) lakukan pengujian sesuai langkah 3.6.2.

3.5.2. Pembakuan larutan natrium tiosulfat dengan kalium bi-iodat

- a) larutkan kurang lebih 2 g KI dalam labu *Erlenmeyer* ukuran 300 mL dengan 100 mL sampai dengan 150 mL air bebas sulfida;
- b) tambahkan 1 mL asam sulfat 6N atau beberapa tetes asam sulfat pekat;

- c) pipet 20,0 mL larutan baku kalium bi-iodat dan tambahkan ke dalam labu *Erlenmeyer* yang berisi KI;
- d) tempatkan di ruang gelap selama 5 menit dan encerkan sampai 300 mL dan titar dengan natrium tiosulfat sampai warna kuning muda;
- e) tambahkan 1 mL - 2 mL indikator larutan kanji dan titrasi sampai titik akhir yang ditandai dengan hilangnya warna biru;
- f) hitung normalitas dengan rumus sebagai berikut:

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{(V_{\text{biiodat}} \times N_{\text{biiodat}})}{V_{\text{tiosulfat}}} \quad (1)$$

3.5.2 Pembuatan larutan induk sulfida

Timbang 3,75 g natrium sulfida ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dalam botol timbang. Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 500,0 mL dan tepatkan sampai tanda tera dengan air bebas sulfida. ($1 \text{ mL} \approx 1,00 \text{ mg S}^{2-}$). Standarisasi larutan tersebut dengan titrasi iodometri sebagai berikut:

- a) ukur sejumlah volume tertentu larutan iodin 0,0250 N dan masukkan dalam labu *Erlenmeyer*. Tambahkan air bebas sulfida sampai volumenya 20 mL;
- b) tambahkan 2 mL HCl 6N. Ambil secara kuantitatif sejumlah larutan induk (V) masukkan dalam labu *Erlenmeyer* atur ujung pipet berada di bawah permukaan larutan;
- c) jika warna iodine hilang tambahkan larutan iodin sampai timbul warna kuning muda. Catat volume iodin yang digunakan. (A) (1 mL iodin 0,0250 N bereaksi dengan $0,4 \text{ mg S}^{2-}$);
- d) titrasi menggunakan larutan natrium tiosulfat 0,0250 N, tambahkan beberapa tetes indikator kanji sampai warna biru muda, titrasi kembali sampai titik akhir yang ditunjukkan dengan hilangnya warna biru muda.
- e) hitung mg S^{2-} dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{mg S}^{2-}/\text{L} = [(A \times B) - (C \times D)] \times \frac{16000}{V} \quad (2)$$

Keterangan:

- A adalah volume larutan iodin, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- B adalah normalitas larutan iodin;
- C adalah volume larutan natrium tiosulfat, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- D adalah normalitas natrium tiosulfat;
- V adalah volume larutan induk sulfida, dinyatakan dalam mililiter (mL).

CATATAN 1 Larutan induk sulfida dibuat setiap akan digunakan dan kemudian lakukan standarisasi.

CATATAN 2 Larutan induk sulfida ini dapat menggunakan larutan siap pakai.

3.5.3 Pembuatan larutan baku sulfida 100 mg S^{2-} /L

- a) pipet 10 mL larutan induk sulfida 1000 mg S^{2-} /L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) tepatkan dengan air bebas sulfida sampai tanda tera.

3.5.4 Pembuatan larutan baku sulfida 10 mg S^{2-} /L

- a) pipet 10 mL larutan baku sulfida 100 mg S^{2-} /L, masukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL;
- b) tepatkan dengan air bebas sulfida sampai tanda tera.

3.5.5 Pembuatan larutan kerja sulfida

Buat deret larutan kerja dari larutan baku sulfida 10 mg S²⁻/L dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda dalam labu ukur 50,0 mL secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran.

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengukuran contoh uji

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi dibuat dengan tahapan sebagai berikut:

- operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran sulfida;
- ke dalam labu ukur 50,0 mL yang berisi air bebas sulfida hingga tanda tera tambahkan 0,5 mL H₂SO₄ (1+1) dan 0,15 mL (3 tetes) FeCl₃ dan campurkan, kemudian tunggu selama 3 sampai 5 menit. Tambahkan 1,6 mL larutan diammonium hidrogen fosfat. Larutan ini di gunakan sebagai *zero instrument*;
- ke dalam deret larutan kerja dan blanko, tambahkan 0,5 mL pereaksi asam sulfat-amina dan 0,15 mL (3 tetes) larutan FeCl₃. Campuran segera di-*inversi*-kan (dibalik sekali) secara perlahan, diamkan selama 3 sampai 5 menit ;
- tambahkan 1,6 mL larutan (NH₄)₂HPO₄. Diamkan 3 sampai 15 menit hingga terbentuk warna biru;
- baca serapannya pada panjang gelombang 664 nm, dan buat kurva kalibrasi konsentrasi (μg) terhadap serapan. Hitung *slope* dan nilai linieritas kurva;
- jika linieritas kurva kalibrasi (r) lebih kecil dari 0,995, periksa kondisi alat. Bila perlu ulangi langkah 3.6.1. a) sampai dengan f) hingga diperoleh nilai $r \geq 0,995$.

3.6.2 Pengukuran contoh uji

Uji kadar sulfida dengan tahapan sebagai berikut:

- operasikan alat dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran sulfida;
- masukkan secara kuantitatif sejumlah contoh uji sesuai dengan perkiraan konsentrasi sulfida (V) ke dalam labu ukur 50,0 mL, kemudian encerkan dengan air bebas sulfida hingga tanda tera;
- tambahkan 0,5 mL pereaksi asam sulfat-amina dan 0,15 mL (3 tetes) larutan FeCl₃. Campuran segera di-*inversi*-kan (dibalik sekali) secara perlahan, diamkan selama 3 sampai 5 menit;
- tambahkan 1,6 mL larutan (NH₄)₂HPO₄, kemudian diamkan 10 sampai 15 menit;
- baca dan catat serapan contoh uji;
- apabila konsentrasi contoh uji di atas 1,0 mg/L, lakukan pengenceran dan ulangi langkah 3.6.2 b) sampai e).

3.7 Perhitungan

Kadar sulfida (S²⁻):

$$S^{2-}(\text{mg/L}) = \frac{A}{(\text{slope} \times V)} \times \frac{V_2}{V_1} \times f \quad (3)$$

Keterangan:

- A adalah absorbansi contoh uji hasil pengukuran;
 V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 V₁ adalah volume akhir contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 V₂ adalah volume awal contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL);
 f adalah faktor pengenceran (langkah 3.6.2 b).

4 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Perhitungan koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% sampai 10% per satu seri pengukuran atau minimal 1 (satu) kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar dari 10%, lakukan pengukuran ketiga untuk mendapatkan RPD kurang dari 10%.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\% \quad (4)$$

5 Presisi dan bias

Standar ini telah melalui verifikasi metode oleh 1 laboratorium pada kadar 5 mg S²⁻/L dengan tingkat presisi (%RSD) 1,4% dan akurasi (bias metode) 5,3%.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Nama analisis.
- 2) Tanggal analisis.
- 3) Rekaman hasil pengukuran duplo.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Nomor contoh uji.
- 6) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 7) Rekaman hasil perhitungan.
- 8) Kadar analit dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)
Cara perhitungan H₂S dari total sulfida

B.1 Air tawar (kekuatan ion ≤ 0,1 M)

$$H_2S = \alpha_{H_2S} \times \text{Sulfida (mg/L)}$$

$$\alpha_{H_2S} = \frac{1}{1 + \left(10^{pH - pK'_{FW}} \right)}$$

$$I = \frac{TDS (mg/L)}{40000}$$

$$I = (1,6 \times 10^{-5}) \times \text{conductivity}$$

Keterangan:

pH adalah nilai pH contoh uji *in situ*;

pK'_{FW} adalah nilai yang di dapat dari Tabel kekuatan ion terhadap temperatur tabel 4500-S²: II (*Standard Methods, edition 21, 2005*).

contoh perhitungan:

diketahui:

Total Sulfida = 1,5 mg/L

pH = 6.87

Temperatur = 10°C

TDS = 1600 mg/L,

Maka,

$$I = \frac{1600}{40000}$$

$$I = 0,04$$

Perhitungan kekuatan ion (I) di dapat dari Tabel 2330:I *Standard Method*

Dari Tabel kekuatan ion terhadap temperatur tabel 4500-S² : II

$$pK'_{FW} = 7,11$$

$$\alpha_{H_2S} = \frac{1}{1 + \left(10^{6,87 - 7,11} \right)} = \frac{1}{1 + 10^{-0,24}} = \frac{1}{1 + 0,575}$$

$$\alpha_{H_2S} = 0,63$$

$$\text{H}_2\text{S} = 0,63 \times 1,5 = 0,95 \text{ mg/L}$$

Tabel B.1 - Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air tawar

Temperatur °C	pK' _{FW} at Given Ionic Strength						
	0.00 mol/L	0.005 mol/L	0.01 mol/L	0.02 mol/L	0.03 mol/L	0.05 mol/L	0.10 mol/L
0	7.36	7.33	7.32	7.30	7.29	7.27	7.24
5	7.28	7.25	7.23	7.22	7.21	7.19	7.16
10	7.20	7.16	7.15	7.13	7.12	7.10	7.07
15	7.12	7.09	7.08	7.06	7.05	7.03	7.00
20	7.05	7.02	7.00	6.99	6.97	6.96	6.92
25	6.98	6.95	6.94	6.92	6.91	6.89	6.86
30	6.92	6.89	6.87	6.86	6.84	6.83	6.79

B.2 Air laut

$$\text{H}_2\text{S} = \alpha_{\text{H}_2\text{S}} \times \text{Total Sulfida (mg/L)}$$

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + \left(10^{\text{pH} - \text{pK}'_{\text{SW}}} \right)}$$

pH adalah nilai pH contoh uji *in situ*

pK'_{SW} adalah nilai yang di dapat dari Tabel salinitas terhadap temperatur {tabel 4500-S²⁻ : III
Standard Methods}

Contoh perhitungan

Diketahui:

Total Sulfida = 1,5 mg/L

pH = 7,15

Temperatur = 10°C

Salinitas = 25‰

Dari Tabel salinitas terhadap temperatur (tabel 4500-S²⁻ : III) maka pK'_{SW} = 6,87

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + \left(10^{\text{pH} - \text{pK}'_{\text{SW}}} \right)} = \frac{1}{1 + \left(10^{7,15 - 6,87} \right)}$$

$$\alpha_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1}{1 + 10^{0,28}} = \frac{1}{1 + 1,91} = 0,34$$

$$\text{H}_2\text{S} = 0,34 \times 1,5 \text{ mg/L} = 0,51 \text{ mg/L}$$

Tabel B.2 - Konstanta disosiasi hidrogen sulfida dalam air laut

Temperatur °C	pK'_{sw} at Given Salinity						
	5 ‰	10 ‰	15 ‰	20 ‰	25 ‰	30 ‰	35 ‰
0	7,17	7.12	7.09	7.07	7.06	7.06	7.06
5	7,08	7.02	6.99	6.97	6.96	6.96	6.96
10	6,99	6.93	6.90	6.88	6.87	6.86	6.86
15	6,91	6.85	6.82	6.80	6.78	6.78	6.77
20	6,83	6.77	6.74	6.72	6.70	6.69	6.69
25	6,76	6.70	6.66	6.64	6.63	6.62	6.61
30	6,70	6.63	6.60	6.57	6.56	6.55	6.54

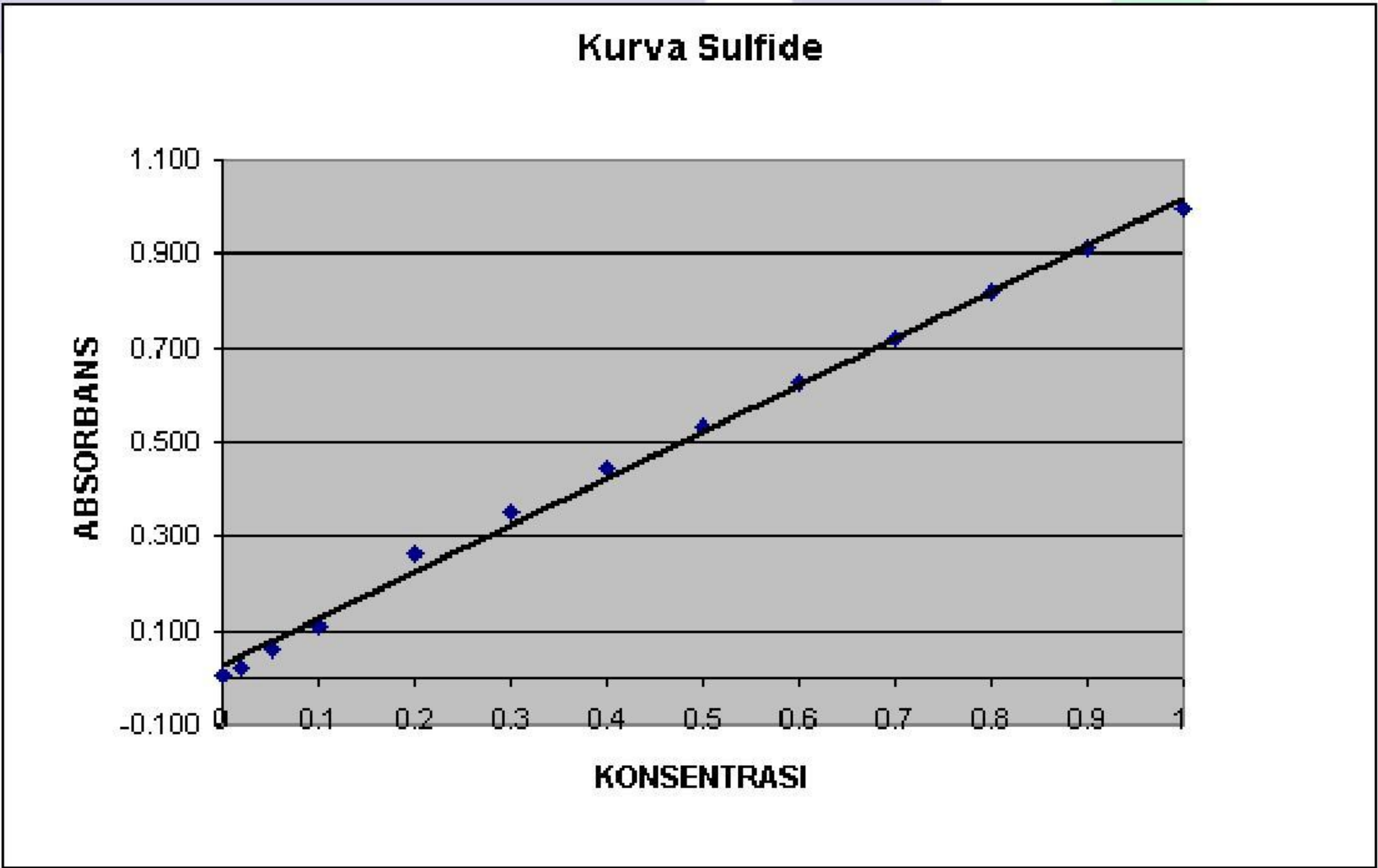


Lampiran C
(informatif)
Rentang kerja (*working range*)

C.1 Validasi sulfide (Spektrofotometer Hitachi U-2900)

C.1.1 Kurva Kalibrasi

volume	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
	0	0.002
	0.02	0.023
	0.05	0.062
	0.10	0.108
	0.20	0.265
	0.30	0.354
	0.40	0.443
	0.50	0.535
	0.60	0.628
	0.70	0.721
	0.80	0.819
	0.90	0.914
	1.00	0.996
	slope	0.995
	correllation	0.998



C.1.2 Limit deteksi metode

blanko	Absorbansi	konsentrasi (mg/L)
blk-1	0.002	0.002
blk-2	0.002	0.002
blk-3	0.005	0.005
blk-4	0.007	0.007
blk-5	0.005	0.005
blk-6	0.003	0.003
blk-7	0.007	0.007
blk-8	0.002	0.002
blk-9	0.008	0.008
blk-10	0.002	0.002

rata-rata 0.043
 sd 0.005
 est. MDL 0.0024
 0.012

spike level 0.02

	Absorbansi	mg/L (sulfide)	% RECOVERY
Spike-1	0.017	0.017	85
spike-2	0.018	0.018	90
Spike-3	0.019	0.019	96
Spike-4	0.017	0.017	85
Spike-5	0.021	0.021	106
Spike-6	0.022	0.022	111
Spike-7	0.017	0.017	85
Spike-8	0.021	0.021	106
Spike-9	0.017	0.017	85
Spike-10	0.018	0.018	90
			94

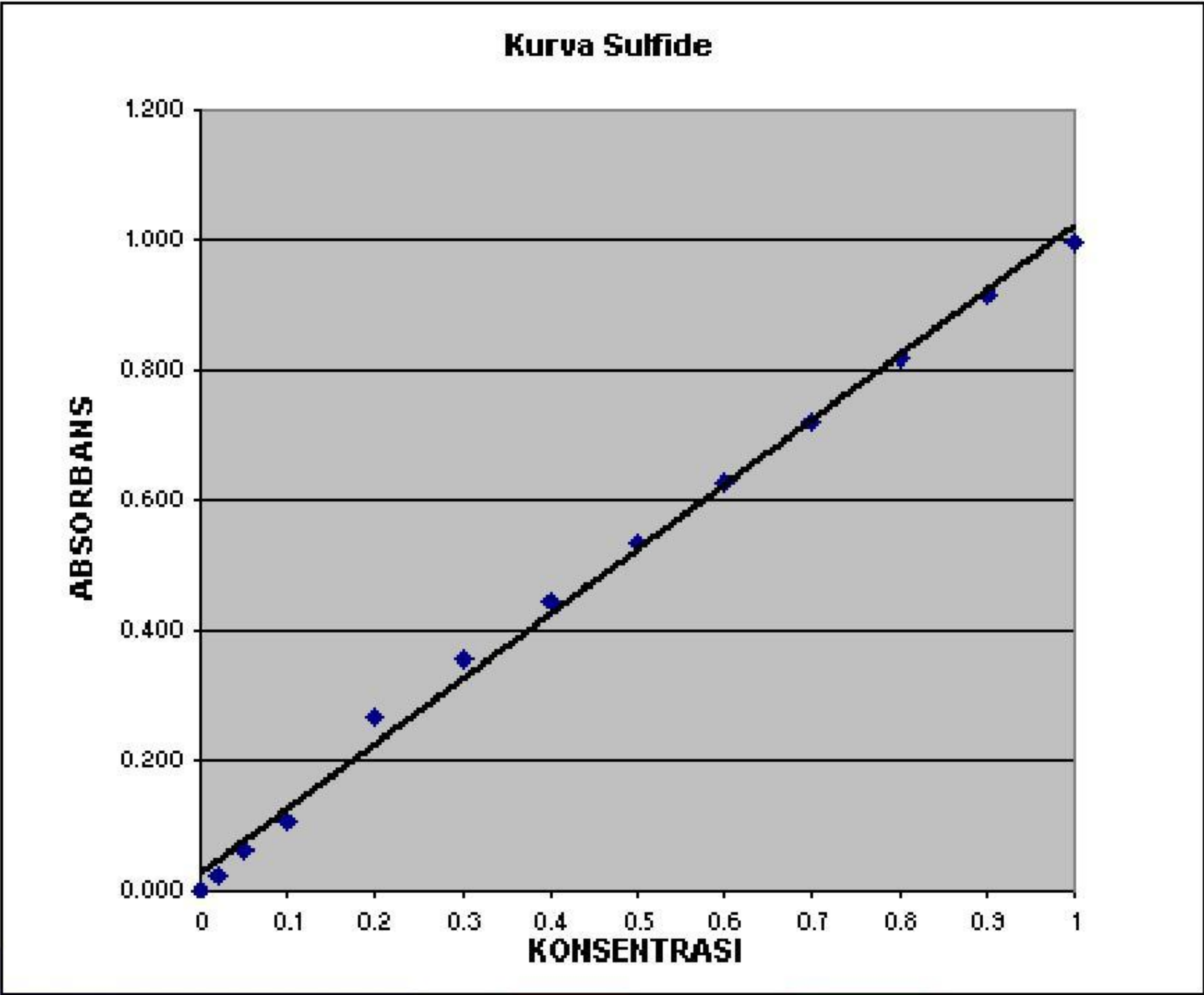
average 0.02
 SD 0.002
 MDL 0.01
 LOQ 0.02

Uji Keberterimaan MDL

1. spike level (10 x MDL > spike)	0.10	0.02	OK
2. spike level (MDL < spike)	0.01	0.02	OK
3. MDL < REQUIREMENT	0.01	0.05	OK
4. S/N (average/SD)	9.61	2.5 < S/N < 10	OK
5. Recovery	93.97%	85 - 115 %	OK

C.2 Pemilihan rentang kerja pengujian sulfida dengan cara spektrofotometer

Konsentrasi (mg/L)	A
0	0.002
0.02	0.023
0.05	0.062
0.10	0.108
0.20	0.265
0.30	0.354
0.40	0.443
0.50	0.535
0.60	0.628
0.70	0.721
0.80	0.819
0.90	0.914
1.00	0.996
slope	0.995
correllation	0.998



i	Xi (mg/L)	Yi,1	Yi,2	Yi,3	Yi,4	Yi,5	Yi,6	Yi,7	Yi,8	Yi,9	Yi,10	S_i^2
1	0.02	0.017	0.018	0.019	0.017	0.021	0.022	0.017	0.021	0.017	0.018	3.7889E-06
2	0.05	0.062										
3	0.10	0.108										
4	0.20	0.265										
5	0.30	0.354										
6	0.40	0.443										
7	0.50	0.535										
8	0.60	0.628										
9	0.70	0.721										
10	0.80	0.819										
11	0.90	0.914										
12	1.00	0.996	0.999	1.002	0.998	1.002	1.001	1.002	0.997	0.998	1.001	5.1556E-06

$$PG = \frac{S^2_{1 \text{ ppm}}}{S^2_{0.02 \text{ ppm}}}$$

$$PG = \frac{5.1556\text{E-}06}{3.7889\text{E-}06}$$

1.361

Dengan derajat kebebasan $df = n-1$ dan tingkat kepercayaan 99% maka $F_{\text{tabel}} = F_{(0,99; 12,9)} = 4.398$

Kesimpulan :

Sehubungan dengan $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ maka perbedaan antara varian tidak beda nyata



Bibliografi

Standard Methods, Examination of Water and Wastewater 21st Edition, 2005, Method 4500-S²-D.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id